

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

①1 N° de publication :
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

2 674 146

②1 N° d'enregistrement national : 92 03150

⑤1 Int Cl⁸ : B 01 L 7/00; B 01 J 3/00; H 05 B 6/80

⑫

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②2 Date de dépôt : 17.03.92.

③0 Priorité : 18.03.91 DE 4108766.

④3 Date de la mise à disposition du public de la
demande : 25.09.92 Bulletin 92/39.

⑤6 Liste des documents cités dans le rapport de
recherche : Le rapport de recherche n'a pas été
établi à la date de publication de la demande.

⑥0 Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

⑦1 Demandeur(s) : KNAPP Günter, Univ. Prof. Dr. Dipl.-
Ing. — AT, PANHOLZER Franz, Dr. Dipl.-Ing. — AT et
Société d'ite: Anton PAAR KG — AT.

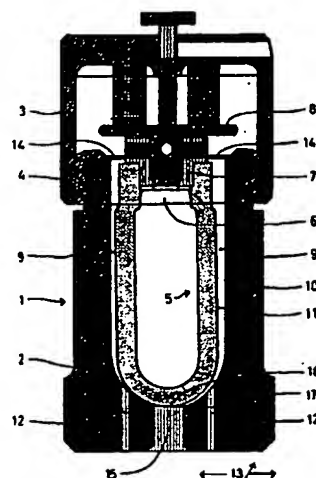
⑦2 Inventeur(s) : Knapp Günter, Univ. Prof. Dr. Dipl.-Ing
et Panholzer Franz, Dr. Dipl.-Ing.

⑦3 Titulaire(s) :

⑦4 Mandataire : Cabinet Peuscat.

⑤4 Dispositif pour chauffer des substances en créant des pressions élevées dans un champ de micro-ondes.

⑤7 Le dispositif, destiné à chauffer des substances dans un champ de micro-ondes, est conçu pour des pressions élevées; les éléments placés dans le champ de micro-ondes sont réalisés dans un matériau transparent aux micro-ondes. Le dispositif se compose d'un réservoir extérieur (1) semblable à un cylindre et résistant à la pression, et d'un réservoir intérieur (5) semblable à un cylindre; les réservoirs (1, 5) sont munis respectivement d'un capuchon (3) et d'un couvercle (7) servant à leur fermeture. Entre la face latérale intérieure (10) du réservoir extérieur (1) et la face latérale extérieure (11) du réservoir intérieur (5) est prévue une chambre intermédiaire (9) qui est reliée à l'extérieur par des canaux de liaison (12) permettant d'admettre et d'évacuer un agent réfrigérant.



FR 2 674 146 - A1



DISPOSITIF POUR CHAUFFER DES SUBSTANCES EN CREANT DES PRESSIONS ELEVEES DANS UN CHAMP DE MICRO-ONDES

L'invention concerne un dispositif pour chauffer des substances en créant des pressions élevées dans un champ de micro-ondes, constitué d'un réservoir extérieur semblable à un cylindre, résistant à la pression et comprenant une enceinte en forme de pot et un capuchon qui sont reliés l'un à l'autre de manière amovible par un assemblage par engagement extérieur/intérieur, d'un réservoir intérieur semblable à un cylindre et pourvu d'une ouverture frontale, d'un couvercle correspondant et de
5 moyens d'étanchéité pour fermer le réservoir intérieur de manière étanche, et d'un piston de pression qui agit sur la face extérieure du couvercle et prend appui de manière élastique contre le réservoir extérieur, les éléments du dispositif situés dans le champ de micro-ondes étant réa-
10 lisés dans un matériau transparent aux micro-ondes.

Dans la technique des laboratoires de chimie, le chauffage de substances par micro-ondes joue un rôle de plus en plus important car l'énergie est directement délivrée à la substance à chauffer et il n'est pas nécessaire, comme dans le chauffage par l'extérieur, de lui faire tra-
20 verser les parois de l'enceinte par conduction thermique. Pour de nombreuses applications où il s'agit d'atteindre des températures et/ou des pressions élevées, on fait donc appel à des enceintes fermées de manière étanche à la
25 pression.

Un exemple d'application de ce type est la désagrégation d'une substance à l'acide, décrite dans un article de synthèse publié par H.M. Kingston et L.B. Jassie dans *Analytical Chemistry* 58 (1986), 2534-2541. On désigne
30 par ce terme la décomposition d'une substance, à l'aide d'un ou plusieurs acides, en molécules ou ions élémentaires spécifiques à leurs éléments. Ces molécules ou ces ions peuvent ensuite être déterminés qualitativement et quantitativement par une analyse des éléments. La
35 désagrégation à l'acide nécessite généralement des

températures élevées ; pour obtenir ces températures, on chauffe le mélange acide-substance dans une enceinte fermée, ce qui génère des pressions élevées.

5 Un dispositif de désagrégation à l'acide d'une substance dans un champ de micro-ondes en vue de l'analyse des éléments est décrit dans la demande de brevet allemand publiée DE-A-39 19 601. En raison de l'emploi d'acides forts comme réactifs de désagrégation, on est limité aux enceintes de désagrégation en tétrafluoroéthylène ou en quartz. Pour qu'un tel
10 appareil de désagrégation puisse être fermé de manière étanche à la pression, il est entouré d'un réservoir extérieur en matière plastique. Le réservoir extérieur est semblable à un cylindre et comporte une enceinte en forme
15 de pot et un capuchon qui sont reliés ensemble de manière amovible. L'enceinte de désagrégation, appelée ci-après « réservoir intérieur », est elle aussi semblable à un cylindre et comporte une ouverture frontale, un couvercle correspondant et un moyen d'étanchéité. Pour fermer le
20 réservoir intérieur de manière étanche à la pression, un piston de pression prenant appui de manière élastique contre le réservoir extérieur appuie sur la face extérieure du couvercle. Le chauffage s'effectue dans le champ de micro-ondes d'un four à micro-ondes, l'ensemble du dispositif
25 étant alors soumis à l'action du champ de micro-ondes. Tous les éléments du dispositif sont donc réalisés dans un matériau transparent aux micro-ondes.

 Le dispositif décrit présente l'inconvénient que, lors du chauffage de la substance placée dans le réservoir
30 intérieur, le réservoir extérieur en matière plastique chauffe en raison du transport de chaleur et perd de sa résistance aux températures élevées ; ceci est également valable lorsqu'on emploie un réservoir intérieur entièrement ou partiellement en matière plastique. Par
35 conséquent, les températures intérieures élevées ne

doivent être maintenues que pendant de courtes périodes, suivies de longues périodes de refroidissement. En revanche, en cas de chauffage prolongé, la température régnant dans le réservoir intérieur ne doit pas dépasser

5 200 à 300 °C. Cependant, il existe beaucoup de matériaux difficiles à désagréger, comme par exemple les graisses, les huiles, le charbon, le coke, les matières plastiques, dont la désagrégation exige des températures élevées pendant des périodes prolongées. Pour désagréger ces

10 matériaux, le dispositif décrit n'est pas optimal. En général, le temps nécessaire à une désagrégation à l'acide diminue à mesure que la température augmente ; de nombreux matériaux dont la désagrégation en dessous de la valeur limite de température indiquée dure longtemps, pourraient

15 être désagrégés en un temps beaucoup plus court si les températures étaient plus élevées.

L'invention a donc pour but de concevoir un dispositif du type présenté dans l'entrée en matière, de façon à pouvoir atteindre des températures élevées pendant

20 des périodes prolongées.

Ce but est atteint avec un dispositif pour chauffer des substances en créant des pressions élevées dans un champ de micro-ondes, constitué d'un réservoir extérieur semblable à un cylindre, résistant à la pression

25 et comprenant une enceinte en forme de pot et un capuchon qui sont reliés l'un à l'autre de manière amovible par un assemblage par engagement extérieur/intérieur, d'un réservoir intérieur semblable à un cylindre et pourvu d'une ouverture frontale, d'un couvercle correspondant et de

30 moyens d'étanchéité pour fermer le réservoir intérieur de manière étanche, et d'un piston de pression qui agit sur la face extérieure du couvercle et prend appui de manière élastique contre le réservoir extérieur, les éléments du dispositif situés dans le champ de micro-ondes étant réa-

35 lisés dans un matériau transparent aux micro-ondes,

caractérisé en ce qu'il comprend une chambre intermédiaire entre la face latérale intérieure du réservoir extérieur et la face latérale extérieure du réservoir intérieur, et des canaux de liaison entre la chambre intermédiaire et l'extérieur pour admettre et évacuer un agent réfrigérant.

La chambre intermédiaire est parcourue par l'agent réfrigérant et sert ainsi à dissocier, sur le plan thermique, les réservoirs intérieur et extérieur, et à refroidir le réservoir intérieur. De manière avantageuse, la distance entre la face latérale intérieure du réservoir extérieur et la face latérale extérieure du réservoir intérieur est de l'ordre de $1/50$ à $1/2$ du diamètre extérieur du réservoir intérieur. Le réservoir intérieur est maintenu en position par au moins une entretoise radiale disposée à proximité de l'ouverture du réservoir intérieur, entre le réservoir intérieur ou le couvercle du réservoir intérieur et le réservoir extérieur. Le réservoir intérieur ne repose sur le fond du réservoir extérieur que par une partie de sa propre surface de fond ; la partie de la surface de fond qui n'est pas en contact comporte, comme la face latérale du réservoir intérieur, une chambre intermédiaire qui la sépare du réservoir extérieur et qui est parcourue par l'agent réfrigérant.

De préférence, les canaux de liaison sont disposés de façon que le réservoir intérieur soit uniformément entouré d'agent réfrigérant. L'agent réfrigérant employé est, de préférence, de l'air, mais d'autres substances gazeuses ou liquides peuvent également être utilisées, à condition qu'elles n'absorbent pas ou peu les micro-ondes. L'agent réfrigérant peut être refoulé ou aspiré à travers les canaux de liaison et la chambre intermédiaire par des moyens d'alimentation de type pompe. Cependant, les agents réfrigérants gazeux peuvent également être

prélevés d'une bouteille sous pression et mis en circulation dans le dispositif.

Dans le dispositif conforme à l'invention, le refroidissement du réservoir extérieur lui permet de
5 conserver sa résistance, même à des températures intérieures élevées. Dans des modes de réalisation mettant en oeuvre un réservoir intérieur entièrement ou partiellement en matière plastique, ce refroidissement a également une incidence bénéfique sur la résistance du
10 réservoir intérieur. On atteint ainsi, sur des périodes prolongées, des températures égales ou supérieures à 400 °C. Pour la désagrégation à l'acide, ceci a pour avantage, par exemple, de permettre la désagrégation de beaucoup des matériaux cités difficiles à désagréger, et,
15 en général, de réduire considérablement les temps de désagrégation des matériaux pouvant être désagregés à température moins élevée.

De manière avantageuse, le chauffage dans le champ de micro-ondes peut avoir lieu par exemple également
20 dans celui d'un résonateur à cavité ou à guide d'ondes. Dans ce cas, le dispositif peut être agencé de façon à n'être exposé au champ de micro-ondes que dans la zone de l'enceinte en forme de pot. La zone de couvercle, qui n'est pas exposée au champ de micro-ondes et qui comporte
25 des capteurs de pression et tous les équipements correspondants, peut être réalisée dans des matériaux habituels qui ne sont pas nécessairement transparents aux micro-ondes.

Un mode de réalisation de l'invention sera
30 maintenant décrit à titre d'exemple en référence à la figure 1 qui représente une vue en coupe (axiale) d'un dispositif conforme à l'invention.

Le mode de réalisation représenté se compose, pour l'essentiel, d'un réservoir extérieur (1) en matière
35 plastique dans lequel est placé un réservoir intérieur (5)

en verre au quartz. Le réservoir extérieur (1) se compose d'une enceinte en forme de pot (2) et d'un capuchon (3) qui sont reliés l'un à l'autre, de manière amovible, par un assemblage par engagement extérieur/intérieur (4). Le

5 réservoir intérieur (5) comporte une ouverture frontale (6) et un couvercle correspondant (7). Les moyens d'étanchéité servant à fermer le réservoir intérieur (5) de manière étanche ne sont pas représentés ; il peut s'agir, par exemple, d'un joint annulaire ou à lèvres. Sur

10 la face extérieure du couvercle (7) agit un piston de pression (8) qui prend appui, de manière élastique, contre le capuchon (3) du réservoir extérieur (1). Entre la face latérale intérieure (10) du réservoir extérieur (1) et la face latérale extérieure (11) du réservoir intérieur (5)

15 se trouve une chambre intermédiaire (9) remplie d'agent réfrigérant. Des canaux de liaison (12) relient la chambre intermédiaire (9) avec l'extérieur (13) afin d'admettre et d'évacuer l'agent réfrigérant. Une entretoise radiale (14) disposée à proximité de l'ouverture (6) du réservoir

20 intérieur (5) sert à centrer le réservoir intérieur (5). Pour permettre de pousser le réservoir intérieur (5) hors du réservoir extérieur (1), le fond de ce dernier est percé d'un trou axial (15). Le fond (16) du réservoir intérieur (5) repose sur le bord intérieur (17) du trou (15). La majeure partie

25 du fond (16) n'est pas en contact ; le réservoir intérieur (5) est donc également refroidi dans la zone de son fond (16).

REVENDEICATIONS

1. Dispositif pour chauffer des substances en créant des pressions élevées dans un champ de micro-ondes, constitué d'un réservoir extérieur semblable à un cylindre, résistant à la pression et comprenant une
5 enceinte en forme de pot et un capuchon qui sont reliés l'un à l'autre de manière amovible par un assemblage par engagement extérieur/intérieur, d'un réservoir intérieur semblable à un cylindre et pourvu d'une ouverture frontale, d'un couvercle correspondant et de moyens
10 d'étanchéité pour fermer le réservoir intérieur de manière étanche, et d'un piston de pression qui agit sur la face extérieure du couvercle et prend appui de manière élastique contre le réservoir extérieur, les éléments du dispositif situés dans le champ de micro-ondes étant réa-
15 lisés dans un matériau transparent aux micro-ondes, caractérisé en ce qu'il comprend une chambre intermédiaire (9) entre la face latérale intérieure (10) du réservoir extérieur (1) et la face latérale extérieure (11) du réservoir intérieur (5), et des canaux de liaison (12)
20 entre la chambre intermédiaire (9) et l'extérieur (13) pour admettre et évacuer un agent réfrigérant.

2. Dispositif conforme à la revendication 1, caractérisé en ce que la distance entre la face latérale intérieure (10) du réservoir extérieur (1) et la face
25 latérale extérieure (11) du réservoir intérieur (5) est de l'ordre de $1/50$ à $1/2$ du diamètre extérieur du réservoir intérieur (5).

3. Dispositif conforme à la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce qu'il comprend au moins une entretoise
30 radiale (14) disposée à proximité de l'ouverture (6) du réservoir intérieur (5), entre le réservoir intérieur (5) ou le couvercle (7) du réservoir intérieur (5) et le réservoir extérieur (1).

1/1

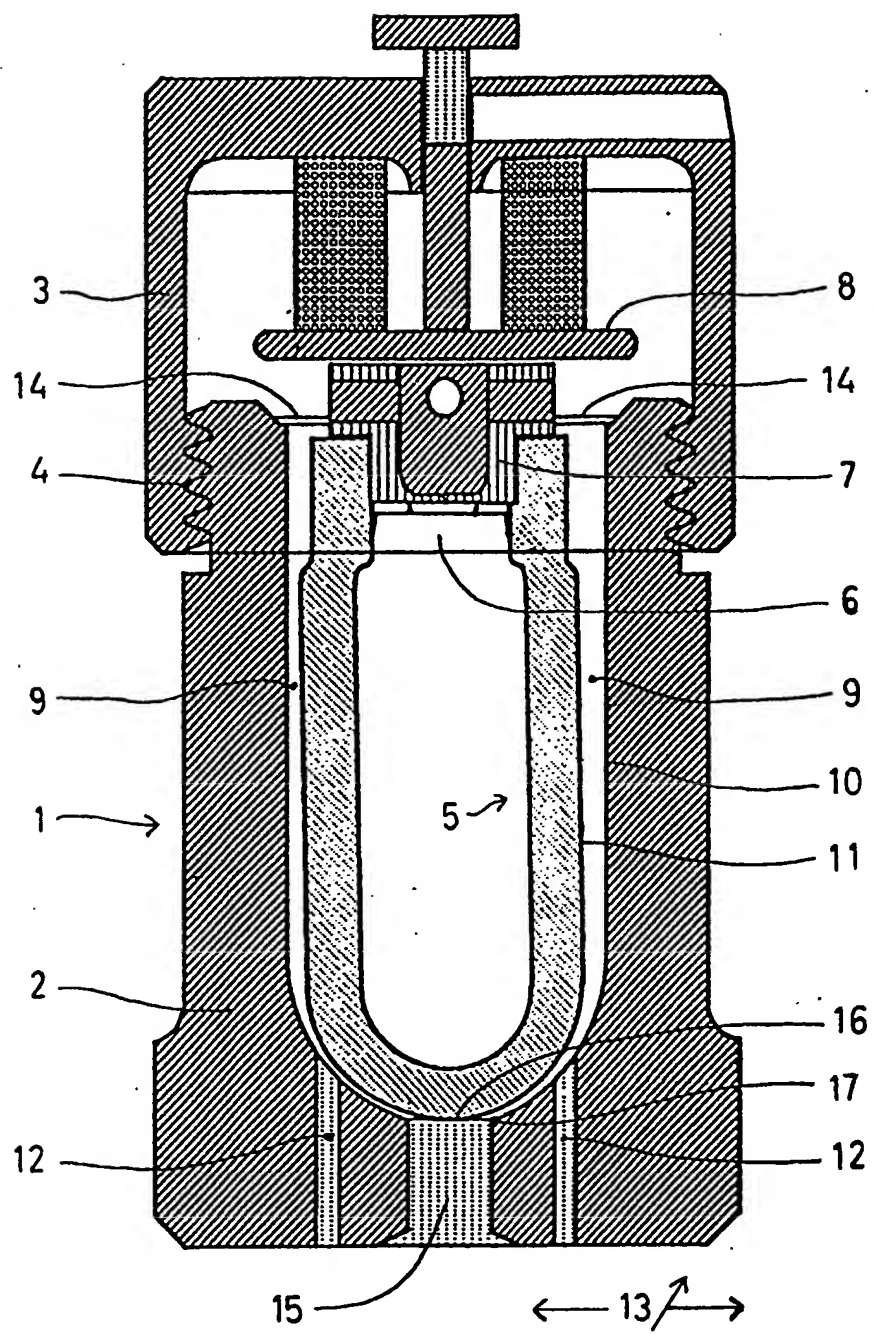


Fig. 1